

- прямое пламенное атомно-абсорбционное определение рения в концентратах в диапазоне содержаний от 0.001 до 0.1 мас. % невозможно из-за низкого аналитического сигнала.

Экспериментально определены оптимальные операционные параметры атомно-абсорбционного определения рения в пламени ацетилен-динитрооксид (степень обогащения пламени топливом и высота наблюдения над горелкой) и получена градуировочная зависимость. Подтверждены теоретические оценки атомизации рения, полученные методом термодинамического моделирования. Экспериментальный предел обнаружения не позволяет определять содержание рения в анализируемых объектах без его концентрирования в 1000 раз и более.

1. Пупышев А.А. Термодинамическое моделирование термохимических процессов в спектральных источниках. Учебное электронное текстовое издание. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2007. Электронный ресурс: [http://study.ustu.ru/view/aid\\_view.aspx?AidId=478](http://study.ustu.ru/view/aid_view.aspx?AidId=478).

*Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Урал-М» при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (госконтракт 14.740.11.0364).*

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ РЕНИЯ В МЕДНЫХ КОНЦЕНТРАТАХ МЕТОДОМ АТОМНОЙ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**

*Зайцева П.В.<sup>(1)</sup>, Пупышев А.А.<sup>(1)</sup>, Евдокимова О.В.<sup>(2)</sup>, Шуняев К.Ю.<sup>(2)</sup>*

<sup>(1)</sup>Физико-технологический институт уральский федерального университета

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

<sup>(2)</sup>Институт металлургии РАН

620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

Основной трудностью при определении низких содержаний рения в медных концентратах (0.001-0.1 мас. %) методами атомной спектроскопии с использованием растворов проб является полный перевод проб в раствор без потерь рения. Наиболее быстрым способом разложения, применяемым для относительно легко вскрываемых образцов с малым содержанием рения, является кислотное вскрытие под действием микроволнового излучения. Данный способ разложения используют для интенсификации процессов подготовки проб, полного перевода анализируемого компонента в раствор, сокращения объемов реакционных смесей и времени подготовки проб к анализу [1].

Экспериментально на стандартном образце медного концентрата 2891-84 определены оптимальные параметры кислотного вскрытия медных концентратов под действием микроволнового излучения при атмосферном давлении: масса навески – 0.1 г, 4 см<sup>3</sup> смеси кислот HNO<sub>3</sub>:HCl:H<sub>2</sub>F<sub>2</sub> (3:1:1), мощность микроволновой печи – 560 Вт, ступенчатый нагрев реакционной смеси в течение 1.5 мин (3 раза по 30 с) с последующим охлаждением. При данных условиях достигнуто полное растворение пробы без потерь рения, что доказано экспериментально.

При анализе растворов вскрытия методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой в качестве аналитической линии выбрана линия рения Re II 197.248 нм, свободная от спектральных помех. Присутствующие в составе анализируемых проб железо, кальций и алюминий оказывают незначительные матричные неспектральные помехи на интенсивность спектральной линии рения по сравнению с помехами от меди, концентрация которой в растворах составляет 4 г/дм<sup>3</sup>. Матричные неспектральные помехи меди были устранены введением ионизационного буфера (4 г/дм<sup>3</sup> натрия или калия), на фоне сильного ионизационного влияния которого помехи меди не проявляются.

Для устранения влияния состава растворов на эффективность их распыления и поступления в плазму разряда, а так же для повышения сходимости, повторяемости и точности результатов анализа был использован внутренний стандарт - гадолиний (линия сравнения Gd II 226.109 нм), который вводили в анализируемые и градуировочные растворы в концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Достигнутые метрологические показатели методики определения рения не уступают показателям стандартизированной методики фотометрического определения рения в данных продуктах [2].

1. Пробоподготовка в микроволновых печах. Теория и практика / Под ред. Г. М. Кингстона. Пер. с англ. М.: Мир, 1991. 350 с.

2. ГОСТ Р 52998-2008. Концентрат медный. Технические условия. М.: Стандартинформ. 2008. 6 с.

*Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Урал-М» при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (госконтракт 14.740.11.0364).*